

Die Temperaturabhängigkeit der magnetischen Bereichsstruktur von Nickel

Inaugural-Dissertation

zur

Erlangung der Doktorwürde

der

Naturwissenschaftlichen Fakultät

der

Ludwig-Maximilians-Universität

München

vorgelegt

von

Alois Schauer

aus

Schönbrunn/Sudeten

1963

1. Berichterstatter: Privatdozent Dr. JAKOB KRANZ

2. Berichterstatter: Prof. Dr. ALFRED FAESSLER

Tag der mündlichen Prüfung: 27. Februar 1963

Sonderdruck aus

„Zeitschrift für angewandte Physik“, Band 16 (1963), S. 90—100

Die Temperaturabhängigkeit der magnetischen Bereichsstruktur von Nickel

Von ALOIS SCHAUER

Mit 17 Textabbildungen

(Eingegangen am 15. Februar 1963)



Einleitung

Jedes Ferromagnetikum stellt ein System gekoppelter Weißscher Bezirke dar. Die magnetischen Eigenschaften eines Ferromagnetikum werden daher weitgehend von der Bereichskonfiguration und deren Veränderung beim Anlegen eines äußeren Magnetfeldes bestimmt. Das Studium der Bereichsstrukturen ist also von grundsätzlichem Interesse. Insbesondere ist zum Verständnis der Temperaturabhängigkeit magnetischer Eigenschaften die Kenntnis der Temperaturabhängigkeit der Bereichskonfiguration unerlässlich.

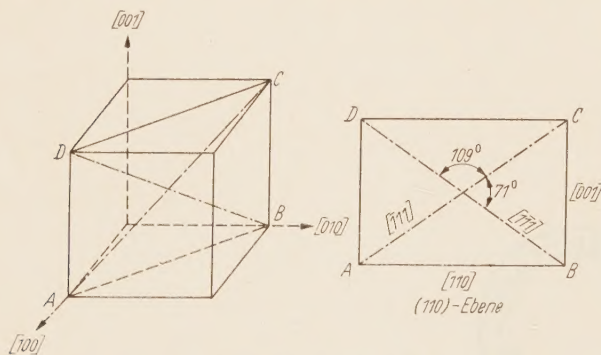


Abb. 1. Orientierung der Proben

Nun sind die ferromagnetischen Bereiche in zahlreichen Arbeiten untersucht worden. Die experimentellen Untersuchungen wurden jedoch fast ausschließlich bei Zimmertemperatur durchgeführt. Über Bereichsstrukturen bei höheren oder tieferen Temperaturen ist wenig bekannt.

Nickel ist diesbezüglich von besonderem Interesse, vor allem, weil die Kristallanisotropieenergie von Nickel stark temperaturabhängig ist. Da die Bereichskonfiguration wesentlich von ihr bestimmt wird, ist auch eine Temperaturabhängigkeit der Bereichsstruktur zu erwarten.

Die magnetischen Bereiche von Nickel sind bisher nur bei Zimmertemperatur untersucht worden [1], [2], [3]. Dagegen gibt es zahlreiche Arbeiten [4] bis [12] über die Temperaturabhängigkeit magnetischer Eigenschaften von Nickel, vor allem über Anfangspermeabilität und Koerzitivkraft. Bei der Deutung dieser Messungen wird meist angenommen, daß die Bereichsgröße weitgehend temperaturunabhängig ist [13]. Andererseits rechnen manche Autoren [12] mit der Möglichkeit, daß bei höheren Temperaturen keine Bereiche mehr existieren können. Eine befriedigende Deutung des Temperaturganges magnetischer Eigen-

schaften von Nickel steht noch aus. Sie dürfte erst dann möglich sein, wenn man das Temperaturverhalten der Weißschen Bezirke genau kennt.

Der Grund dafür, daß man nicht viel über die Temperaturabhängigkeit magnetischer Bereiche weiß, liegt darin, daß die Bitterstreifenmethode, die bisher vor allem zur Sichtbarmachung von Bloch-Wänden angewendet wurde, bei höheren und tieferen Temperaturen versagt. Mit der von W. ANDRÄ angegebenen modifizierten Pulvermustertechnik [14] kommt man zwar auf Kobalt bis 400° C, hat aber schlechteres Auflösungsvermögen und kann die Veränderung der Bereichsstrukturen bei Temperaturerhöhung nicht direkt beobachten. Im Gebiet kleiner Kristallanisotropieenergie versagt schließlich die Bitterstreifenmethode völlig [15]. Die Partikel der Bittersuspension sollen sich ja im Streufeld der Bloch-Wand sedimentieren. Dieses Streufeld wird aber bei kleiner Kristallanisotropieenergie durch die μ^* -Korrektur [16] sehr klein, so daß sich keine Bitterstreifen mehr bilden können. Da bei Nickel die Kristallanisotropieenergie mit wachsender Temperatur stark abnimmt, sind die magnetischen Bereiche von Nickel bei höheren Temperaturen der Bitterstreifentechnik prinzipiell unzugänglich.

Für die Beobachtung magnetischer Bereiche mit Hilfe des magnetooptischen Kerr-Effekts sind nicht die Streufelder der Bloch-Wände wesentlich, sondern die Magnetisierungen der Bereiche. Diese Methode kann also auch in Gebieten kleiner Kristallanisotropieenergie angewendet werden. Sie scheiterte zunächst bei Nickel wegen der Kleinheit des Kerr-Effekts. Die meridionale Kerr-Drehung beträgt bei Nickel maximal nur etwa eine Winkelminute. Erst die Verstärkung des Kerr-Effekts durch Interferenzschichten [17], [18] ermöglichte die magnetooptische Beobachtung der magnetischen Bereiche von Nickel [19]. Damit war nun auch die Möglichkeit gegeben, die Temperaturabhängigkeit der magnetischen Bereichsstruktur von Nickel zu untersuchen.

Experimentelle Technik

Es wurden Nickel-Einkristallproben (runde Scheiben — 15 mm Durchmesser, 3 mm Dicke) untersucht. Die Proben wurden so aus dem mittels Laue-Rückstrahlaufnahme orientierten Einkristall herausgeschnitten, daß die Stirnflächen (110)-Ebenen darstellen (Abb. 1). Da bei Nickel die Raumdiagonalen des Kristallgitters bei Zimmertemperatur magnetisch leichte Richtungen sind (bei ungefähr 100° C werden nach BOZORTH [20] die Flächendiagonalen leichte

Richtungen), bekommt man bei dieser Orientierung einfache magnetische Bereichsstrukturen.

Die Proben wurden chemisch, nach einem Rezept von TEGART [21], poliert und anschließend 16 h bei 1000° C im Hochvakuum geglüht, worauf sie in 16 h auf Zimmertemperatur abgekühlt wurden. Dann wurde nochmals kurz chemisch poliert.

Die Herstellung der Interferenzschicht erfolgte durch Verdampfen von TiO in einer Sauerstoffatmosphäre von 10^{-4} Torr [22], wobei der Schichtträger (Nickelprobe) auf etwa 330° C geheizt wurde. Man erhält auf diese Weise eine TiO_2 -Schicht. Diese bewirkt bei geeigneter Dicke eine gute Verstärkung des Kerr-Effekts, und die Schicht ist temperaturbeständig (bei 400° C zeigte sie noch keine Veränderung). Nebenbei wirkt sie als Schutzschicht gegen Oxydation, so daß man die Probe auch bei höheren Temperaturen direkt in Luft beobachten kann.

Über den magnetooptischen Kerr-Effekt wird die magnetische Bereichsstruktur zunächst in ein Polarisationsobjekt verwandelt. Dieses wird durch einen Analysator in ein Amplitudenobjekt umgesetzt. Damit ist die magnetische Struktur in eine Helligkeitsstruktur transformiert und somit sichtbar. Verschiedene Helligkeitswerte im Gesichtsfeld des Mikroskops, mit dem die Probenoberfläche beobachtet wird, bedeuten verschiedene Magnetisierungsrichtungen.

Die experimentelle Anordnung zur magnetooptischen Beobachtung Weißscher Bereiche ist in Abb. 2 schematisch dargestellt.

Ergebnisse

Technische Angaben

Die folgenden Aufnahmen zeigen magnetische Bereichsstrukturen auf einer Nickel-(110)-Ebene. Es kommen im wesentlichen nur Balkenmuster und Spannungsmuster vor („Balkenmuster“ = Parallele 180°-Bloch-Wände in der Probenoberfläche; „Spannungsmuster“ = Bereichsstruktur, die von den regellosen Eigenspannungen der Probe bestimmt wird).

Dem magnetooptischen Kontrast ist eine Untergrundstruktur überlagert, die von Unebenheiten der Probenoberfläche herrührt, die beim chemischen Polieren entstehen.

Da die Probenoberfläche um 45° gegen die optische Achse des Mikroskops geneigt war, sind die Aufnahmen verzerrt, was allerdings im vorliegenden Fall belanglos ist.

Die Vergrößerung ist: 14,5mal vertikal, 10mal horizontal bei den Abb. 3–9 und 11. 29mal vertikal, 20mal horizontal bei der Abb. 10.

Die Feldstärken geben das äußere Magnetfeld H_a an, das stets horizontal gerichtet ist. Wechselfeldstärken bedeuten jeweils die Maximalamplituden.

Die Angabe „Wechselfeldidealisation“ bedeutet stets: Die Probe wird mit einem Wechselfeld (50 Hz) abnehmender Amplitude im Gleichfeld Null idealisiert. Mit „thermischer Idealisation“ wird die Erwärmung der Probe über den Curie-Punkt (= 360° C bei Nickel) und Abkühlung auf Zimmertemperatur bezeichnet.

Die Koerzitivkraft der ausgeglühten Proben war kleiner als 1 Oe.

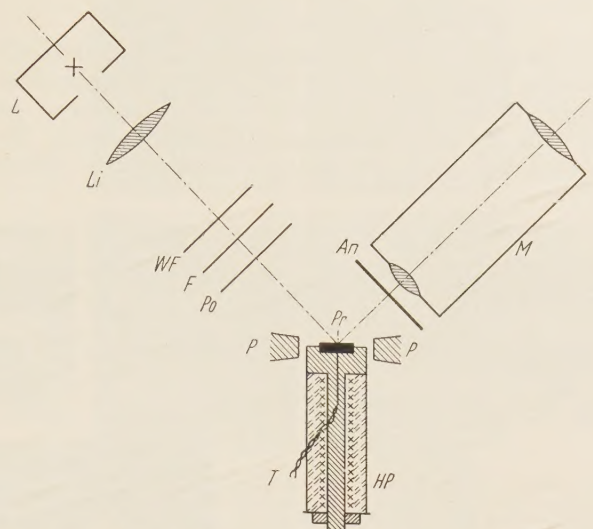


Abb. 2. Apparatur zur magnetooptischen Beobachtung Weißscher Bereiche. L Lichtquelle HBO 100 W/1, Li Linse, WF Wärmefilter, F Farbfilter für die grüne Quecksilberlinie 5461 Å, Po Polarisator, An Analysator (Glan-Thompson-Prismen), M Mikroskop. Die Probe Pr befindet sich im Kupferblock der Heizpatrone HP, die bifilar gewickelt und justierbar gehalten ist. T Thermoelement (Ni—CrNi), P Polschuhe eines Elektromagneten. Zur Wechselfeldidealisation wird ein Regeltransformator benutzt. Das Okular des Mikroskops kann durch einen Kameraansatz oder durch einen Multiplier ersetzt werden. Der Multiplierstrom liefert als Funktion der magnetisierenden Feldstärke die sog. Kerr-Hysteresis [23]

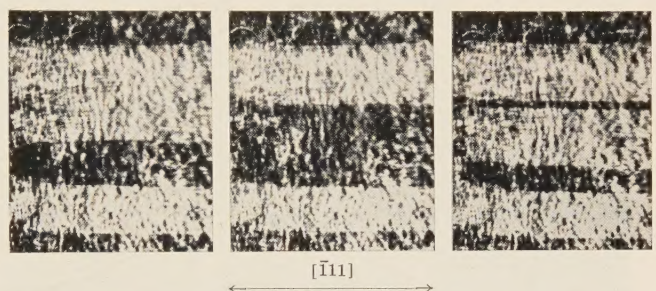


Abb. 3. Bereichsstruktur bei Zimmertemperatur. Die Aufnahmen zeigen den wechselfeldidealisierten Zustand bei Zimmertemperatur. Die Bereichsstruktur besteht im wesentlichen aus Balken in Richtung der beiden Raumdiagonalen $[111]$ und $[111]$ — die Kristallanisotropieenergie bestimmt das Muster. Abb. 3 zeigt die Balkenstruktur eines Probenausschnitts nach aufeinanderfolgenden Wechselfeldidealisationen. Die Lage der Bloch-Wände variiert von Fall zu Fall, ihre Anzahl bleibt ungefähr gleich. Aus Abb. 3 ergibt sich eine mittlere Bereichsdicke von 0,5 mm

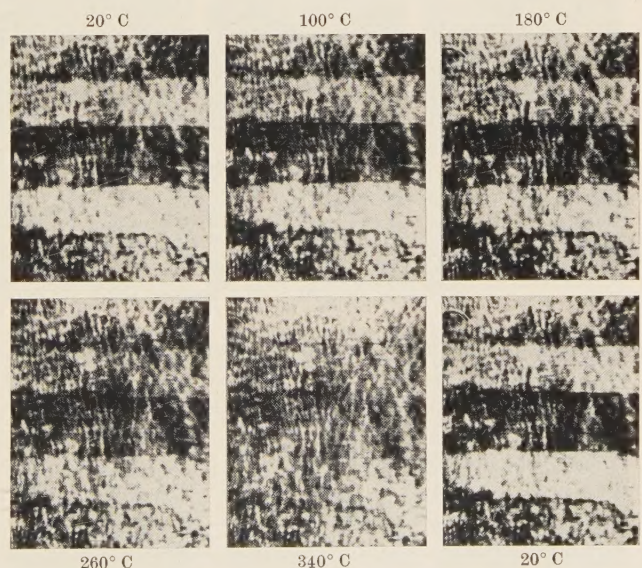


Abb. 4. Erwärmung der Probe bis knapp unter den Curie-Punkt. Die Probe wurde bei 20° C wechselfeldidealisiert und dann im Felde $H_a = 0$ bis auf 340° C erhitzt. Die Bereichsstruktur bleibt dabei ungeändert, ebenso bei der Abkühlung von 340° C auf 20° C. Über 300° C wird der Kontrast sehr schlecht, da in der Nähe des Curie-Punktes die Kerr-Drehung stark abnimmt

Kurze Zusammenfassung der Ergebnisse

Wird die Probe unter jeweiliger Wechselfeldidealisierung erhitzt, so nimmt die mittlere Bereichsdicke zunächst monoton mit wachsender Temperatur ab (s. Abb. 13, diese wurde aus Abb. 6 gewonnen). Bei etwa 70° C geht das Balkenmuster in das diffuse

auf Zimmertemperatur erhalten. Durch Abkühlen auf etwa -50° C oder durch Wechselfeldidealisierung bei Zimmertemperatur entsteht wieder das Balkenmuster.

Die Übergänge Balkenmuster → Spannungsmuster können direkt beobachtet werden, wenn man die Amplitude des Wechselfeldes schrittweise vergrößert.

Erhitzt man die Probe in einem Wechselfeld, so erfolgt bei wachsender Temperatur der Übergang Balkenmuster → Spannungsmuster, wenn das Feld eine gewisse Mindestgröße hat.

Unterstützt man durch eine elastische Verspannung senkrecht zu einer Raumdiagonale die Anisotropie bezüglich dieser Raumdiagonalen und erhitzt unter jeweiliger Wechselfeldidealisierung, so wird die Bereichsdicke erst über 60° C kleiner. Das Muster wird bei weiter steigender Temperatur nicht völlig diffus, sondern es behält eine Balkenstruktur.

Die Bereichsstruktur einer plastisch deformierten Probe ändert sich bei Erwärmung nicht wesentlich.

Die Kerr-Hysteresen haben eine auffallend große Koerzitivkraft.

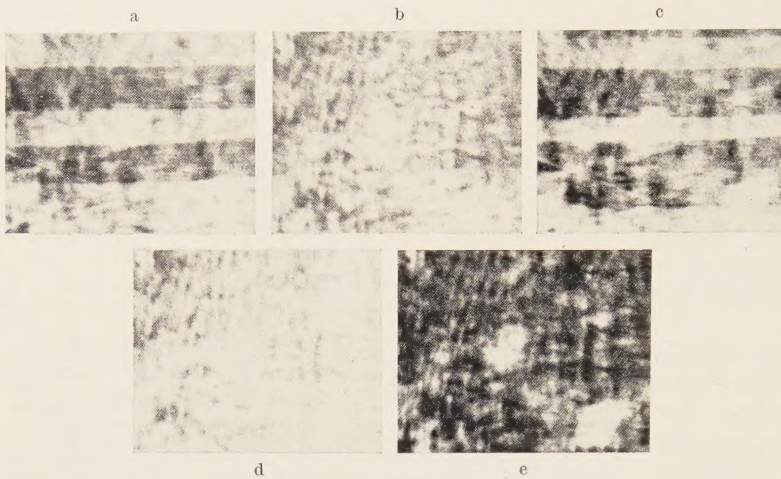


Abb. 5a—e. Erwärmung der Probe über den Curie-Punkt. a Zustand nach Wechselfeldidealisierung bei 20° C; b Zustand nach thermischer Idealisierung (Erwärmung auf 400° C und Abkühlung) — es sind keine Bereiche zu erkennen, die Probe ist jedoch nicht gesättigt (Spannungsmuster); c aus dem Zustand b erhält man wieder das Balkenmuster, wenn man nach der thermischen Idealisierung erneut wechselfeldidealisiert oder auf etwa -50° C abkühlt; d + -Sättigung; e -Sättigung

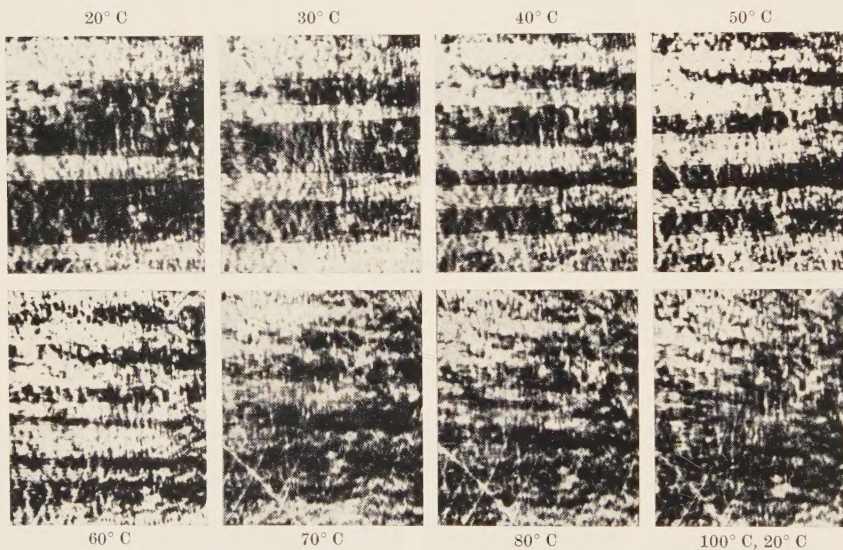


Abb. 6. Erwärmung der Probe unter jeweiliger Wechselfeldidealisierung. Die Probe wurde erhitzt und bei den angegebenen Temperaturen jeweils wechselfeldidealisiert. Man bekommt bis etwa 60° C Balkenmuster, wobei die Bereichsdicke monoton mit der Temperatur abnimmt. Über 60° C wird die Balkenstruktur abgebaut und in Spannungsstrukturen übergeführt. Bei ungefähr 100° C bestimmen die Eigenspannungen bereits völlig die Bereichskonfiguration. Das Spannungsmuster kann nicht mehr aufgelöst werden. Kühlt man wieder auf 20° C ab, ohne eine Wechselfeldidealisierung vorzunehmen, so bleibt das Spannungsmuster erhalten. Erst eine erneute Wechselfeldidealisierung bei 20° C oder eine Abkühlung auf etwa -50° C realisiert wieder das Balkenmuster

Spannungsmuster über. Die Bereiche werden immer kleiner, und bei 100° C kann das Spannungsmuster nicht mehr von der Untergrundstruktur getrennt werden.

Erhitzt man dagegen die Probe, ohne sie dabei mit einem äußeren Feld zu beeinflussen, so bleibt die Balkenstruktur unverändert erhalten. Sie ist bis 340° C sichtbar. Erhitzt man über den Curie-Punkt, so bildet sich beim Abkühlen das Spannungsmuster, das dann auch bei Zimmertemperatur vorhanden ist. Auch das durch Wechselfeldidealisierung bei höherer Temperatur realisierte Spannungsmuster bleibt bei Abkühlung

Diskussion der Ergebnisse

Voraussetzung

Die Bereichskonfiguration eines Ferromagnetikum ist so beschaffen, daß die Gesamtenergie E_G ein Minimum wird. Im allgemeinen Fall ist:

$$E_G = \Sigma (E_K + E_S + E_W + E_{St} + E_{El} + E_H)_n.$$

Summiert wird über alle Weißschen Bereiche.

Mit den üblichen Bezeichnungen [24] ist:

Kristallanisotropieenergie

$$E_K = [K_0 + K_1 (\alpha_1^2 \alpha_2^2 + \alpha_2^2 \alpha_3^2 + \alpha_1^2 \alpha_3^2) + K_2 \alpha_1^2 \alpha_2^2 \alpha_3^2] V_n$$

Spannungsenergie

$$E_S = \frac{3}{2} \lambda_S \sigma_i \sin^2 \Theta \cdot V_n$$

Wandenergie

$$E_W = [(K_1 + \frac{3}{2} \lambda_S \sigma_i) A]^{1/2} \cdot F_n$$

Magnetostatische Energie $E_{St} = \int \frac{H^2}{8\pi} dV$

Magnetoelastische Energie $E_{El} = \frac{1}{2} E \lambda_S^2 \cdot V_n$

Feldenergie

$$E_H = -I_S H \cos \vartheta \cdot V_n.$$

Es bedeuten: V_n das Volumen des n -ten Bezirkes, F_n die zugehörige Wandfläche, K_0, K_1, K_2 Kristallanisotropiekonstanten, $\alpha_1 \alpha_2 \alpha_3$ Richtungskosinus der Magnetisierung, I_S Sättigungsmagnetisierung, λ_S Sättigungsmagnetostraktion, H Feldstärke, σ_i Eigenspannungen, E Elastizitätsmodul, Θ Winkel zwischen Magnetisierung und Eigenspannung, ϑ Winkel zwischen Magnetisierung und Magnetfeld.

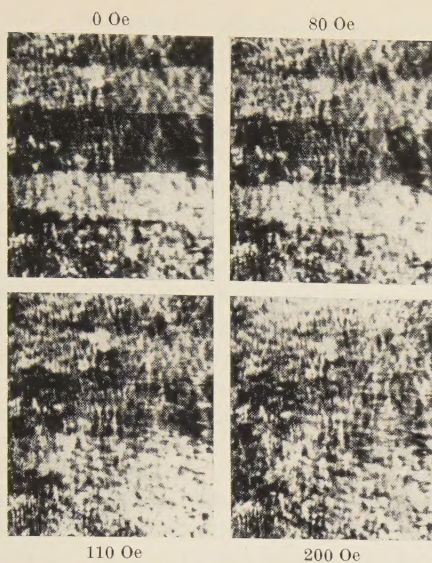


Abb. 7. Übergang Balkenmuster → Spannungsmuster bei 110° C unter dem Einfluß eines Wechselfeldes. Die bei 20° C wechselfeldidealisierte Probe wurde auf 110° C erhitzt — die Balkenstruktur bleibt dabei unverändert. Durch ein Wechselfeld zunehmender Amplitude wird nun das Spannungsmuster realisiert. Erst ein Feld von 80 Oe erzeugt eine merkliche Änderung — krummlinige Bloch-Wände, abnehmender Kontrast. Bei 200 Oe ist das Balkenmuster ganz verschwunden und das Spannungsmuster vorhanden. Zum Photographieren wurde das Wechselfeld jeweils abgeschaltet

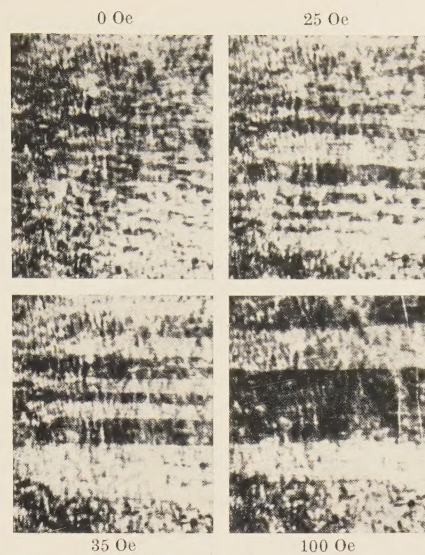


Abb. 8. Übergang Spannungsmuster → Balkenmuster bei 20° C unter dem Einfluß eines Wechselfeldes. Die bei 110° C wechselfeldidealisierte Probe wurde auf 20° C abgekühlt — das Spannungsmuster bleibt dabei erhalten. Durch ein Wechselfeld zunehmender Amplitude wird nun bei Zimmertemperatur das Balkenmuster realisiert. Aus dem diffusen Spannungsmuster formen sich zunächst kleine, von krummen Bloch-Wänden begrenzte Bereiche. Mit zunehmender Feldamplitude werden die Bereiche größer und die Wände geradlinig. 100 Oe erzeugen das normale Balkenmuster. Zum Photographieren wurde das Wechselfeld jeweils abgeschaltet

Abb. 9. Elastisch verspannte Probe. Eine nicht sorgfältig ausgeglühte Probe zeigt schon bei Zimmertemperatur ein diffuses Spannungsmuster (1) — die Eigenspannungen bestimmen das Muster. Nun wurde durch eine äußere Spannung die Anisotropie in der [111]-Richtung unterstützt — man erhält ein Balkenmuster (2). Die Probe wurde in diesem Zustand erhitzt. Ohne äußere Feldeinwirkung ändert sich das Muster nicht. Führt man jedoch bei wachsender Temperatur Wechselfeldidealisationen aus, so wird über 60° C die Bereichsdicke kleiner (4). Das Muster wird jedoch nicht völlig diffus, sondern behält eine Balkenstruktur in der [111]-Richtung (5, 6). Bei Abkühlung auf Zimmertemperatur bleibt das bei höherer Temperatur realisierte Muster erhalten (6). Erneute Wechselfeldidealisation führt wieder zum Muster (2)

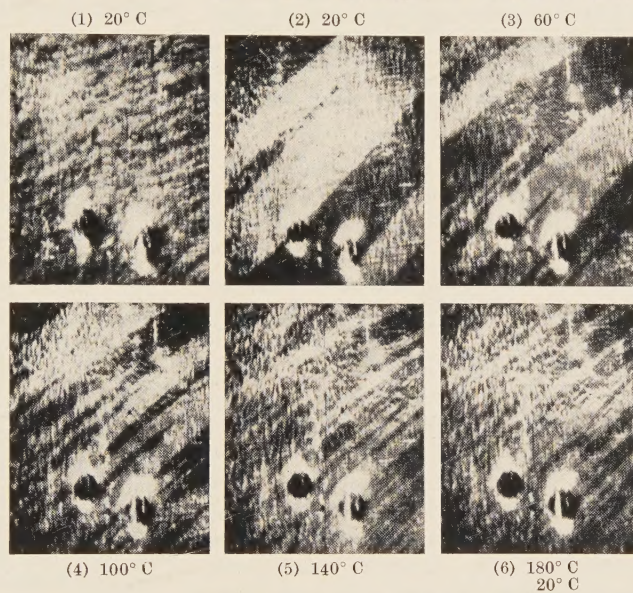


Abb. 10. Plastisch verspannte Probe. Die Abb. zeigt die Bereiche einer plastisch verformten Probe ($H_c = 3$ Oe). Bei Erwärmung und jeweiliger Wechselfeldidealisation ändert sich das Muster nicht nennenswert. Die mit der plastischen Deformation verbundenen Spannungen bestimmen das Muster von Zimmertemperatur bis zum Curie-Punkt. Die Aufnahmen zeigen einen Probenausschnitt, der sich im Nachbargbiet von Gleitlinien befindet. Im Gleitliniengbiet selbst besteht die Bereichsstruktur aus Balken senkrecht zu den Gleitlinien (wegen schlechten Kontrastes nicht reproduzierbar)

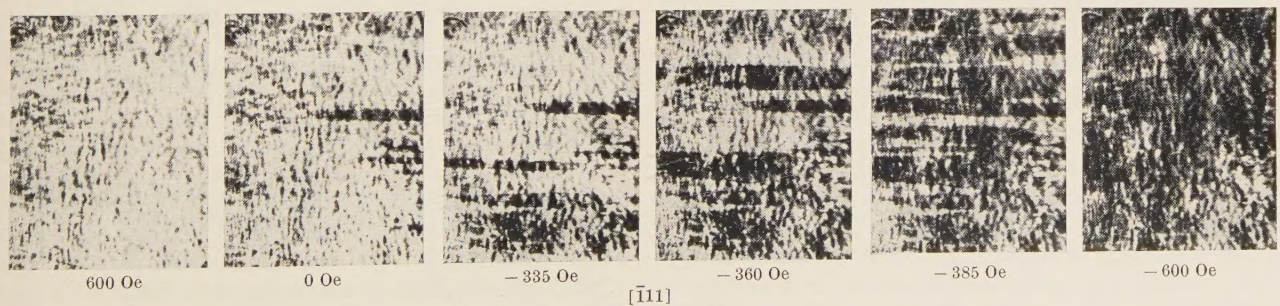
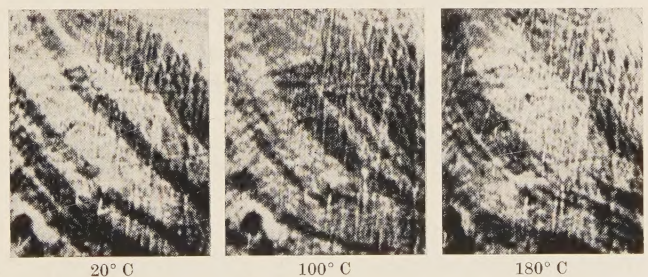


Abb. 11. Ummagnetisierung bei Zimmertemperatur. Die Abbildung zeigt die Bereichsstrukturen beim statischen Durchlaufen eines Astes der Hystereseschleife (unverspannte Probe, 20° C)

Die Bereichsstruktur ist somit eine Funktion von I_S , λ_S , K_1 , A , σ_i und H , sowie von Geometrie und Orientierung der Probe. Die Temperaturabhängigkeit der Bereichsstruktur muß sich also aus der Temperaturabhängigkeit dieser Größen verstehen lassen. I_S , λ_S und K_1 sind in Abb. 14 als Funktion der Temperatur angegeben. Die Temperaturabhängigkeit der

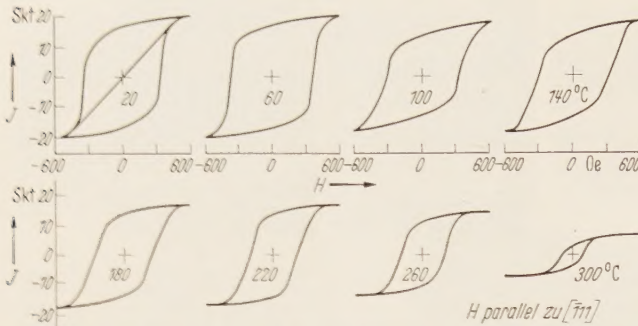


Abb. 12. Kerr-Hysteresen. Die Kerr-Hysteresen zeigen den Verlauf der Oberflächenmagnetisierung in Abhängigkeit von der Feldstärke H . Sie geben ein pauschales Bild von der Ummagnetisierung der Oberfläche von 20 bis 300°C. Zum Vergleich ist bei 20°C auch die Volumenhysteresis angegeben — die beiden Äste können bei diesem Maßstab nicht getrennt werden. Die Koerzitivkraft der Probenoberfläche ist also wesentlich größer als die des Volumens. Im Gegensatz zu [23] werden die Kerr-Hysteresen hier normal durchlaufen. Der Übergang vom Balkenmuster zum Spannungsmuster kommt auch bei den Kerr-Hysteresen zum Ausdruck (siehe Kerr-Hysteresis bei 100°C). Wegen der Abnahme der Sättigungsmagnetisierung mit wachsender Temperatur verkürzen sich die Kerr-Hysteresen in vertikaler Richtung

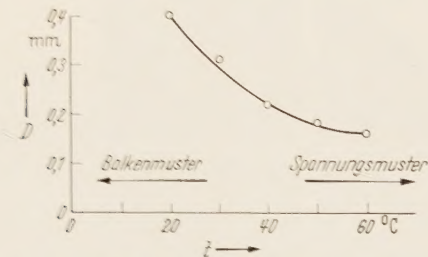


Abb. 13. Mittlere Bereichsdicke als Funktion der Temperatur

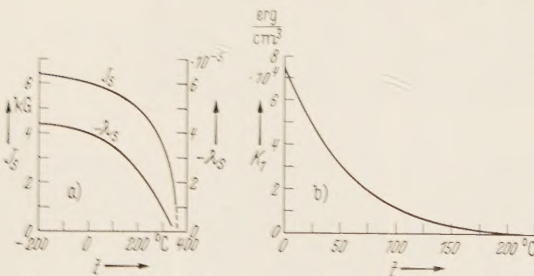


Abb. 14. a) Sättigungsmagnetisierung I_S und Sättigungsmagnetostraktion λ_S (nach E. KNELLER [9]); b) Kristallanisotropiekonstante K_1 (nach J. M. PÜZEL [25])

Austauschenergie A ist belanglos, da sie lediglich die Wandenergie etwas beeinflusst. Die Eigenspannungen σ_i sind mit guter Näherung temperaturunabhängig [9].

Die bemerkenswerteste Eigenschaft von Nickel ist die starke Temperaturabhängigkeit von K_1 . Sie kann nach BRUKHATOV und KIRENSKY [26] beschrieben werden durch

$$K_1 = K_{10} \exp(-\alpha T^2), \quad K_{10} = -40 \cdot 10^4 \text{ erg/cm}^3, \\ \alpha = 0,000034 \text{ Grad}^{-2}.$$

Diese Beziehung versagt jedoch bei Temperaturen über 100°C völlig. K_1 wird nämlich bereits weit unterhalb der Curie-Temperatur sehr klein und wechselt sogar das Vorzeichen. Die Literaturwerte [25], [26], [27]

von K_1 bei Temperaturen über 100°C streuen stark. In Abb. 14b sind die Messungen von J. M. PÜZEL [25], die zuverlässig erscheinen, auszugsweise angegeben. Danach erfolgt der Vorzeichenwechsel bei 217°C. Die Messungen reichen bis 271,8°C ($\triangle K_1 = +300 \text{ erg/cm}^3$).

Nickel hat eine große Sättigungsmagnetostraktion. Diese nimmt im Gegensatz zur Kristallanisotropiekonstanten nur langsam mit wachsender Temperatur ab.

Der Temperaturgang von I_S führt zu einer Abnahme der magnetostatischen Energie mit wachsender Temperatur. Da jedoch das Bereichssystem im idealisierten Zustand bei (110)-Orientierung der Probe weitgehend streufeldfrei ist, wird die Abnahme von I_S mit wachsender Temperatur keinen nennenswerten Einfluß auf das Temperaturverhalten der Bereichsstruktur haben.

Maßgebend für das Temperaturverhalten der Bereichsstruktur wird somit der Temperaturgang von K_1 und λ_S . Bei tiefen Temperaturen bestimmt die Kristallanisotropieenergie $E_K \approx K_1$ die Bereichskonfiguration, bei höheren Temperaturen die Spannungsenergie $E_S \approx \lambda_S \cdot \sigma_i$.

1. Temperaturverhalten der jeweils wechselfeldidealisierten Probe

a) *Unverspannte Probe.* Aus dem in der Voraussetzung diskutierten Sachverhalt folgt, daß man als Funktion der Temperatur drei Gebiete unterscheiden kann:

- a) $E_K \gg E_S$
- b) $E_K \approx E_S$
- c) $E_K \ll E_S$

1. Bei einer gut ausgeglühten Probe ist bei Zimmertemperatur $E_K \gg E_S$. Die Bereichskonfiguration wird von der Kristallanisotropieenergie bestimmt, bei (110)-Orientierung bildet sich ein Balkenmuster (Abb. 3). Die Bereichsbilder zeigen natürlich nur die Bloch-Wände in der Probenoberfläche. Wegen der Orientierungsabhängigkeit der Wandenergie [28] werden sich die Wände schräg zur Oberfläche in das Volumen fortsetzen. Am Probenrand müssen zur Vermeidung von magnetostatischer Energie Abschlußbezirke vorhanden sein.

Die Dicke der Hauptbezirke stellt sich so ein, daß die Summe aus gesamter Wandenergie und Energie der Abschlußbezirke ein Minimum wird. Die Energie der Abschlußbezirke hängt von der Orientierung der Begrenzungsflächen der Probe ab. Bei einer runden Probe kommen viele verschiedene Begrenzungs-„Ebenen“ vor. Die Energie der Abschlußbezirke ist in diesem Fall nach P. H. MARTIN [29] hauptsächlich magnetoelastischer Art. Aus der Minimalisierung von Wandenergie + magnetoelastischer Energie erhält man näherungsweise für die Bereichsdicke der Hauptbezirke [29]

$$D = \left(\frac{4L\gamma}{E\lambda_S^2} \right)^{\frac{1}{3}}$$

L = Probendurchmesser, γ = spezifische Wandenergie, E = Elastizitätsmodul, λ_S = Sättigungsmagnetostraktion.

Nach SPACEK [28] ist bei Zimmertemperatur für 180°-Wände in Nickel $\gamma = 0,09 \text{ erg/cm}^2$. Mit $L = 1,5 \text{ cm}$, $E = 21000 \text{ kp/mm}^2$, $\lambda_S = 3,9 \cdot 10^{-5}$ folgt somit $D = 0,13 \text{ mm}$.

Beobachtet wird eine mittlere Bereichsdicke von 0,5 mm (Abb. 3). Die Bereichsdicke ist also größer als berechnet. Rechnung und Beobachtung stimmen nur bezüglich der Größenordnung überein.

Bei wachsender Temperatur beobachtet man zunächst weiterhin ein Balkenmuster, wobei die Bereichsdicke allerdings merklich abnimmt (Abb. 6). Es werde nun geprüft, ob die Formel für D die beobachtete Temperaturabhängigkeit der Bereichsdicke richtig beschreibt: Da $\gamma \sim (K_1)^{1/2}$ ist, folgt

$$D \sim \frac{(K_1)^{1/2}}{\lambda_S}.$$

Mit den Werten für K_1 und λ_S aus Abb. 14 folgt, daß D bei 60° C nur um rund 10% kleiner sein sollte als bei 20° C. Theoretisch sollte also die Bereichsdicke praktisch temperaturunabhängig sein. Beobachtet wird (Abb. 6), daß D von 20 bis 60° C auf ungefähr $1/3$ abnimmt. Die Frage ist, warum die Formel für D zur Beschreibung der Temperaturabhängigkeit der Bereichsdicke versagt und warum sie im übrigen bei Zimmertemperatur einen zu kleinen Wert liefert.

Bei der Energieminimalisierung, die zur Formel für D führt, wird natürlich die Frage, ob der Zustand, der dem Energieminimum entspricht, realisiert werden kann, außer acht gelassen. Es ist nun keineswegs selbstverständlich, daß sich dieser Zustand von selbst einstellt. Die Probe werde einer Wechselfeldidealisierung unterworfen. Dabei werden einige von den vorhandenen und sich bildenden Keimen zu Balken auswachsen. Zum Wachstum der Keime ist aber Energie erforderlich — Wandenergie, Streufeldenergie und Wandreibungsenergie. Es werden daher im allgemeinen weniger Keime zu Balken auswachsen, als es dem statisch berechneten Energieminimum entspricht, so daß die tatsächliche Bereichsdicke größer ist als berechnet. Obwohl es nun einen tieferen Energiezustand kleinerer Bereichsdicke gibt, kann das System nicht von selbst in diesen übergehen, denn dazu müßte eine völlige Bereichsumordnung erfolgen, die relativ viel Energie, vor allem Wandreibungsenergie, erfordert. Der Energiebedarf bei einer infinitesimalen Änderung wird größer sein als der Energiegewinn, so daß das System im statisch höheren Energiezustand verbleibt.

Zum Wachstum der Keime ist, wie bereits erwähnt, unter anderem Wandenergie aufzubringen. Da nun $E_W \sim (K_1)^{1/2}$ ist und K_1 mit wachsender Temperatur stark abnimmt, werden mit wachsender Temperatur mehr Keime wachsen können, was zu kleinerer Bereichsdicke führt. Bei 60° C stimmt die berechnete Bereichsdicke von 0,12 mm schon recht gut mit der beobachteten von 0,17 mm (Abb. 6) überein.

Die Betrachtung der Dynamik, die zu dem Muster führt, das dann im statischen Zustand vorhanden ist, gibt also eine Erklärung dafür, daß die Bereichsdicke bei Zimmertemperatur wesentlich größer ist als berechnet und daß sie mit wachsender Temperatur abnimmt. Allgemein kann gefolgert werden, daß die in der Theorie des Ferromagnetismus übliche Energieminimalisierung zu mangelhaften Ergebnissen führen kann, wenn man die Dynamik der Vorgänge außer acht läßt.

2. Bei höherer Temperatur wird $E_K \approx E_S$. Die Bereichsstruktur wird nun sowohl von Kristallanisotropieenergie als auch Spannungsenergie be-

stimmt — das Balkenmuster geht in ein Spannungsmuster über. Abb. 6 zeigt, daß dieser Übergang bei etwa 70° C erfolgt.

Diese Beobachtung kann zu einer Abschätzung der Größe der Eigenspannungen benutzt werden:

Aus

$$\frac{E_K}{V} = K_0 + K_1(\alpha_1^2\alpha_2^2 + \alpha_2^2\alpha_3^2 + \alpha_1^2\alpha_3^2) + K_2\alpha_1^2\alpha_2^2\alpha_3^2$$

folgt

$$E_{[100]} = K_0, E_{[110]} = K_0 + \frac{K_1}{4}, E_{[111]} = K_0 + \frac{K_1}{3} + \frac{K_2}{27}.$$

Die Energie, die nötig ist, um die Magnetisierung aus der leichten Richtung [111] in die schwere Richtung [100] überzuführen, ist also

$$E_{[100]} - E_{[111]} = -\frac{K_1}{3} - \frac{K_2}{27} \approx -\frac{K_1}{3}.$$

Andererseits kann beim Übergang der Magnetisierung von einer Richtung parallel zu einer Spannung σ_i in eine Richtung senkrecht zu σ_i die Energie $-\frac{3}{2}\lambda_S\sigma_i$ gewonnen werden.

Im Übergangsgebiet zwischen Balkenmuster und Spannungsmuster wird $K_1/3$ und $\frac{3}{2}\lambda_S\sigma_i$ von gleicher Größe sein. Setzt man für 70° C $K_1/3 = \frac{3}{2}\lambda_S\sigma_i$, so folgt mit den Werten $K_1(70^\circ\text{C}) = 2,1 \cdot 10^4 \text{ erg/cm}^3$, $\lambda_S = 3,7 \cdot 10^{-5}$, $\sigma_i = 1,3 \text{ kp/mm}^2$.

Diese Abschätzung liefert natürlich nur einen Mittelwert. In Wirklichkeit muß die Größe der Eigenspannungen durch eine Verteilungsfunktion beschrieben werden.

3. Bei Temperaturen über 100° C wird $E_S \gg E_K$. Die Bereichsstruktur wird nun von den Eigenspannungen bestimmt — es bildet sich ein Spannungsmuster. Dieses kann leider nicht mehr beobachtet werden, es verschwindet in der Untergrundstruktur. Zur Beobachtung großer Bereiche ist der Kontrast über 100° C durchaus ausreichend (s. Abb. 4). Sobald jedoch die Bereichsgröße in die Größenordnung der Oberflächenunebenheiten kommt, kann die magnetische Struktur nicht mehr von der Untergrundstruktur unterschieden werden. Die störende Oberflächenrauigkeit der Probe entsteht beim chemischen Polieren. Dieses ist bei Nickel zur Entfernung der durch die mechanische Bearbeitung verspannten Oberflächenschicht leider unerläßlich. Obwohl das Spannungsmuster aus den genannten Gründen in der Untergrundstruktur verschwindet, kann man doch etwas darüber sagen, wie seine Struktur aussehen wird:

Das Eigenspannungsfeld der Probe ist darstellbar durch ein räumliches Tensorfeld. Dementsprechend ist die magnetische Anisotropie der Probe ebenfalls durch ein räumliches Tensorfeld zu beschreiben. Dieses hat in erster Näherung statistischen Charakter. Daraus darf jedoch nicht gefolgert werden, daß das Spannungsmuster völlig regellos sein wird. Die Bereichsstruktur muß auch in diesem Fall so beschaffen sein, daß die Normalkomponenten der Magnetisierungen stetig über die Bloch-Wände übergehen. Ferner muß man bedenken, daß den Eigenspannungen die kleine noch vorhandene Kristallanisotropie überlagert ist und außerdem eine kleine homogene Spannung vorhanden sein kann, entstanden beim Präparieren der Probe.

Als Ursache der Eigenspannungen sind im wesentlichen die Spannungshöfe der Versetzungen anzusehen. In gut ausgeglühten Nickeleinkristallen ist die Versetzungsdichte $0,5 \cdot 10^8/\text{cm}^2$ [10], was einem mittleren Abstand benachbarten Versetzungen von $1,4 \mu\text{m}$ entspricht. Die „Wellenlänge“ der Eigenspannungen liegt also in der Größenordnung von $1 \mu\text{m}$. Der Versetzungsstruktur entsprechend, sollte die mittlere Bereichsdicke der Weißschen Bezirke ungefähr $1 \mu\text{m}$ betragen.

Die Spannungen einer Versetzung (Schraubenversetzung in y -Richtung) sind gegeben durch [30]

$$\sigma_{xy} = -\frac{Gb_y}{2\pi} \cdot \frac{z}{x^2 + z^2}$$

$$\sigma_{zy} = \frac{Gb_y}{2\pi} \cdot \frac{x}{x^2 + z^2}$$

Dabei ist $b = (0, b_y, 0)$ der Burgers-Vektor, G der Schubmodul und x, y, z sind die Koordinaten (y -Achse = Lage der Versetzung). Die Spannung in der Mitte zwischen zwei Versetzungen (mittlerer Abstand der Versetzungen $\approx 1 \mu\text{m}$) berechnet sich damit für $b_y =$ eine Gitterkonstante ($= 3,52 \text{ \AA}$) zu $\approx 0,9 \text{ kp/mm}^2$, was in guter Übereinstimmung mit dem aus dem Übergang Balkenmuster $\rightarrow$ Spannungsmuster gefundenen Wert von $1,3 \text{ kp/mm}^2$ steht.

Abb. 15. Keimorientierung

Die Berechnung der Blochwand-Dicke

$$\delta = \frac{\gamma}{2(K_1 + \frac{3}{2}\lambda_s\sigma_i)} \quad (\sigma_i \approx 1 \text{ kp/mm}^2)$$

in Abhängigkeit von der Temperatur zeigt, daß bei 200°C $\delta \approx 0,1 \mu\text{m}$ ist.

Die Wanddicke ist also wesentlich kleiner als die Bereichsdicke, folglich können sich Weißsche Bezirke bilden, die der Versetzungsstruktur der Probe entsprechen.

Zur konkreten Angabe des Spannungsmusters müßte man die Versetzungen der Probe kennen. Gelingt es umgekehrt, die Struktur des Spannungsmusters zu beobachten, so könnte man daraus auf die Verteilung der Eigenspannung und auf die vorliegenden Versetzungen schließen.

b) Verspannte Probe. Mit zunehmender Größe der Eigenspannungen muß sich die untere Grenze des Existenzgebietes des Spannungsmusters nach tieferen Temperaturen verschieben. Dementsprechend zeigt eine nicht sorgfältig ausgeglühte Probe bereits bei Zimmertemperatur das Spannungsmuster. In dieser ist bei Zimmertemperatur $K_1 \approx \lambda_s\sigma_i$. Man kann nun durch eine äußere Spannung σ_a geeigneter Richtung erreichen, daß $K_1 + \lambda_s\sigma_a \gg \lambda_s\sigma_i$ wird, und man erhält ein Balkenmuster (Abb. 9). Erhitzt man die Probe bei angelegter Spannung σ_a , so nimmt schließlich die Bereichsdicke ab. Der Abbau des Balkenmusters erfolgt jedoch bei höherer Temperatur als bei der unverspannten Probe, und es ist auch bei hoher Temperatur noch eine Balkenstruktur erkennbar, weil $K_1 + \lambda_s\sigma_a \ll \lambda_s\sigma_i$ nicht erreicht wird.

Erzeugt man durch plastische Verformung der Probe starke, annähernd homogene Spannungen σ_{i0} ,

so bekommt man verhältnismäßig große Bereiche mit leicht gekrümmten Bloch-Wänden (Abb. 10), die sich nicht nennenswert mit wachsender Temperatur ändern. σ_{i0} bestimmt also die Bereichsstruktur bei allen untersuchten Temperaturen (Zimmertemperatur bis Curie-Punkt), weil dabei immer $\lambda_s\sigma_{i0} \gg K_1$ und $\sigma_{i0} \gg \sigma_i$ ist.

Das Verhalten der verspannten Proben bestätigt also die im vorangehenden entwickelte Deutung des Temperaturverhaltens der Weißschen Bereiche von weichem Nickel.

II. Temperaturverhalten der Probe ohne Feldeinwirkung

a) Experimenteller Befund und Problemstellung.

Die bisherige Diskussion bezog sich auf den magnetischen Zustand der Probe in Abhängigkeit von der Temperatur nach Wechselfeldidealisation bei der jeweiligen Temperatur. Erhitzt man jedoch die bei Zimmertemperatur wechselfeldidealisierte Probe, ohne sie dabei mit äußeren Magnetfeldern zu beeinflussen, so bleibt die Balkenstruktur unverändert erhalten (Abb. 4).

Realisiert man durch Wechselfeldidealisation bei höherer Temperatur das Spannungsmuster und kühlt ohne weitere Idealisation auf Zimmertemperatur ab, so bleibt das Spannungsmuster erhalten (Abb. 6).

Führt man schließlich, ausgehend vom Balkenmuster, durch Erwärmung über den Curie-Punkt eine thermische Idealisation aus, so bildet sich beim Abkühlen das Spannungsmuster, das dann auch bei Zimmertemperatur vorhanden ist (Abb. 5).

Wechselfeldidealisation bei Zimmertemperatur oder Abkühlen auf etwa -50°C führen in den beiden letztgenannten Fällen wieder zum Balkenmuster.

Die Bereichsstruktur kann also ganz erheblich vom Zustand tiefster Energie abweichen. So ist z.B. bei Zimmertemperatur sowohl das Balkenmuster als auch das Spannungsmuster möglich. Der jeweils vorhandene Zustand hängt entscheidend von der Vorgeschichte der Probe ab. Zur Realisierung des energetisch tieferen Zustandes ist die Idealisation mit einem Wechselfeld geeignet. Die Frage ist, warum der Übergang in den tieferen Energiezustand nicht jeweils von selbst erfolgt.

b) Phasenübergang Balkenmuster $\rightarrow$ Spannungsmuster. Bei sehr kleiner Kristallanisotropieenergie erwartet man, daß sich die Magnetisierungsvektoren durch Drehprozesse entsprechend den lokal vorhandenen Eigenspannungen einstellen. Erfolgt jedoch in einem zunächst homogen magnetisierten Gebiet (Balken) an irgendeiner Stelle ein Drehprozeß, so tritt dabei ein magnetisches Streufeld auf, das magneto-statische Energie enthält. Diese ist relativ groß. Der Gewinn an Spannungsenergie wird im allgemeinen die Streufeldenergie nicht decken können. Der Phasenübergang kann also nicht durch Drehprozesse, wegen den damit verbundenen Streufeldern, erfolgen.

Betrachten wir nun Keimbildung und Keimwachstum. Die Eigenspannungen werden lokal Spannungsspitzen aufweisen. In den Gebieten dieser Spannungsspitzen werden sich schon bei relativ niedrigen Temperaturen langgestreckte Keime (diese sind weitgehend streufeldfrei, s. Abb. 15) bilden. Der Übergang des Balkenmusters in das Spannungsmuster bei wachsender Temperatur kann nun nur durch Wandverschiebung solcher Keime erfolgen. Dazu muß jedoch

Wandenergie aufgebracht werden und es ist Energie nötig, um die Wände gegen Hindernisse zu bewegen. Das Dickenwachstum der Keime erfordert außerdem Streufeldenergie. Die gewinnbare Spannungsenergie wird die Summe dieser Energien nicht decken, so daß auch das Keimwachstum blockiert ist.

Erst wenn man durch ein äußeres Magnetfeld Energie zuführt, können die Keime wachsen und der Phasenübergang Balkenmuster $\rightarrow$ Spannungsmuster wird möglich.

c) *Phasenübergang Spannungsmuster $\rightarrow$ Balkenmuster.* Bei Zimmertemperatur ist die Kristallanisotropieenergie größer als die Spannungsenergie. Trotzdem bleiben die Magnetisierungsvektoren nach Wechselfeldidealisation bei höherer Temperatur und anschließender Abkühlung auf Zimmertemperatur in dem durch die Eigenspannungen bestimmten Zustand. Um zu verstehen, daß die Magnetisierung in Gebieten, in denen ihre Richtung von einer Raumdiagonale verschieden ist, nicht durch Drehprozesse in die leichte Richtung übergeht, muß man bedenken, daß auch im Spannungsmuster die Normalkomponenten der Magnetisierungen stetig über die Bloch-Wände übergehen müssen. Abb. 16 soll einen Ausschnitt aus dem Spannungsmuster darstellen. Beim Abkühlen der Probe kann nun das in der schweren Richtung magnetisierte Gebiet E nicht einfach mit einem Drehprozeß in die leichte Richtung $[111]$ übergehen, weil dabei starke magnetische Pole zwischen den Gebieten A und B sowie zwischen C und D auftreten würden. Der Übergang in die leichte Richtung ist nur so möglich, daß das Gebiet E schrumpft und gleichzeitig die Wände 1 und 2 nach oben und die Wände 3 und 4 nach unten laufen. Dazu ist jedoch der mit den Wandbewegungen verbundene Energiebedarf aufzubringen. Der Gewinn an Kristallanisotropieenergie wird den Bedarf nicht decken, so daß der Übergang erst möglich wird, wenn man durch ein äußeres Magnetfeld Energie zuführt.

Da die Kristallanisotropieenergie nach tieferen Temperaturen noch stark zunimmt, muß es auch durch Abkühlen der Probe unter Zimmertemperatur möglich sein, das Balkenmuster zu erzeugen, ohne dabei eine Wechselfeldidealisation vorzunehmen, weil dann die Kristallanisotropieenergie die zu den Wandverschiebungen erforderliche Energie decken kann. Das Experiment liefert diesen Übergang bei ungefähr -50°C .

III. Verallgemeinerung

a) *Verallgemeinerung für beliebige Probenorientierung.* Das Temperaturverhalten der Bereichsstruktur wurde nur bei (110)-Orientierung der Probe untersucht. Bei anderer Orientierung ist außer Kristallanisotropieenergie und Spannungsenergie auch die Streufeldenergie zu berücksichtigen. Die Temperaturabhängigkeit der Streufeldenergie wird z.B. bei Tannenbaumstrukturen eine Veränderung der Länge der „Tannenbaumäste“ mit wachsender Temperatur bewirken.

Man wird jedoch bei jeder Orientierung als Funktion der Temperatur die Gebiete $E_K \gg E_S$, $E_K \approx E_S$, $E_K \ll E_S$ durchlaufen. Demnach ist bei jeder Orientierung mit wachsender Temperatur der Übergang vom Kristallanisotropiemuster zum Spannungsmuster zu

erwarten. Dieser Übergang wird, aus den gleichen Gründen wie bei der (110)-Orientierung, nicht von selbst erfolgen, sondern erst unter dem Einfluß eines äußeren Magnetfeldes vor sich gehen.

b) *Oberfläche und Volumen.* Die Bereichsstruktur kann natürlich nur in der Probenoberfläche beobachtet werden. Man könnte daher einwenden, daß die in dieser Arbeit gewonnenen Ergebnisse möglicherweise nur für die Oberfläche zutreffen und nicht für das ganze Volumen der Probe. Dagegen spricht, daß die angestellten Energiebetrachtungen für ein Volumenelement im Inneren der Probe ebenso gelten wie für

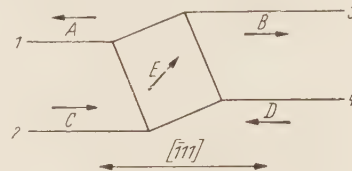


Abb. 16. Ausschnitt aus dem Spannungsmuster

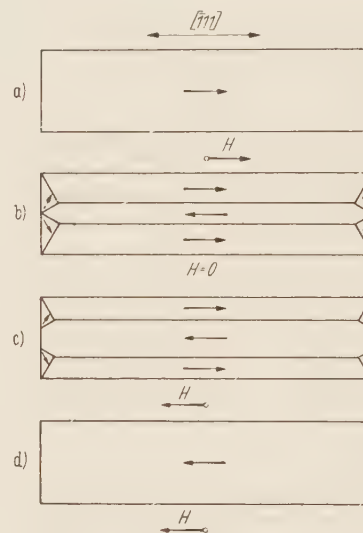


Abb. 17. Ummagnetisierungsschema

ein Volumenelement an der Probenoberfläche. Man muß allenfalls bedenken, daß die Probenoberfläche, trotz chemischer Politur, etwas stärker verspannt sein wird als das Volumen.

IV. Ummagnetisierungsmechanismus

Die Koerzitivkraft der ausgeglühten Proben war kleiner als 1 Oe. Die Probenoberfläche hat überraschenderweise eine um Größenordnungen größere Koerzitivkraft (Abb. 11 und 12). Diese Beobachtung kann mit folgendem Ummagnetisierungsmechanismus erklärt werden:

In Abb. 17 ist ein Schnitt durch die Probe senkrecht zur Probenoberfläche, parallel zur $[111]$ -Richtung dargestellt. Die Probe sei zunächst durch ein genügend starkes Feld in der positiven Richtung gesättigt. Verkleinert man nun das Feld auf $H=0$, so wird die Probe dabei nicht im Zustand der Sättigung verharren, denn damit wäre die volle Streufeldenergie $(1/2) NI_s^2 V$ (N =Entmagnetisierungsfaktor der Probe, V =Probenvolumen, I_s =Sättigungsmagnetisierung) verbunden. Es wird sich vielmehr eine Konfiguration ausbilden, die das Streufeld vermeidet (Abb. 17 b). Die

Abschlußbezirke sind in der [111]- und [111]-Richtung magnetisiert (in Abb. 17 sind die Projektionen dieser Richtungen auf die Zeichenebene dargestellt). Das mit den Abschlußbezirken noch verbundene kleine Streufeld kann durch Echelon-Strukturen [29] weiter herabgesetzt werden. Wächst nun das Magnetfeld in negativer Richtung, so wird sich die Mittelzone durch Wandverschiebungen vergrößern (Abb. 17c). Da die Oberflächenschichten zum Flußschluß dienen, ist die Ummagnetisierung der Oberfläche blockiert. Erst starke negative Felder führen dazu, daß die Wände der Mittelzone die Oberfläche erreichen oder daß Ummagnetisierungskeime in der Oberfläche wachsen. Daraus folgt, daß die Koerzitivkraft der Probenoberfläche in der Größenordnung der Sättigungsfeldstärke des Volumens liegen muß.

Die Ursache dafür, daß das Volumen zuerst ummagnetisiert wird, dürfte darin liegen, daß die Oberfläche etwas stärker verspannt ist als das Volumen. Dadurch ist das Keimwachstum im Volumen gegen das Keimwachstum in der Oberfläche begünstigt.

Bei Erhöhung der Temperatur ändern sich die Kerr-Hysteresen nur unwesentlich (Abb. 12), auch beim Übergang in das Temperaturgebiet, in dem die Spannungsenergie gegenüber der Kristallanisotropieenergie überwiegt. Das weist darauf hin, daß auch für $E_K \ll E_S$ im wesentlichen der oben beschriebene Ummagnetisierungsmechanismus vorliegt. Dabei wird die Bereichskonfiguration „im Kleinen“ natürlich von den Eigenspannungen bestimmt, „im Großen“ jedoch von der Formanisotropie der Probe.

Der erläuterte Ummagnetisierungsmechanismus ist natürlich an die (110)-Orientierung der Probe gebunden. Bei anderen Orientierungen sind andere Bereichskonfigurationen zu erwarten. Das Grundprinzip ist jedoch in allen Fällen die Vermeidung von Streufeldenergie.

J. KRANZ und B. PASSON [23] haben an Eisen-silizium mit (110)-Orientierung ganz andere Kerr-Hysteresen als die vorliegenden (Abb. 12) gefunden. Das ist verständlich, wenn man bedenkt, daß die Eigenspannungen bei Nickel eine viel größere Rolle spielen als bei Eisen. Dadurch erfolgt bei Nickel, wegen leichteren Keimwachstums im Volumen, zuerst die Ummagnetisierung des Volumens. Ferner ist das angegebene Ummagnetisierungsschema (Abb. 17) bei Eisen nicht möglich, da es in Eisen mit (110)-Orientierung wegen der Orientierungsabhängigkeit der Wandenergie [28] keine Wände parallel zur Oberfläche geben kann.

Einige Folgerungen

Wie bereits in der Einleitung erwähnt wurde, mußten bisher zur theoretischen Beschreibung der Temperaturabhängigkeit magnetischer Eigenschaften von Nickel hypothetische Annahmen bezüglich der Bereichsstruktur gemacht werden. Im folgenden werden einige magnetische Eigenschaften von Nickel im Zusammenhang mit den nun vorliegenden experimentellen Ergebnissen diskutiert.

1. *Die leichten Richtungen.* Die leichten Richtungen von Nickel sind bei Zimmertemperatur die Raumdiagonalen des Kristallgitters. BOZORTH [20] fand, daß bei 100° C [110] die leichte, [111] die mittlere und [100] die schwere Richtung ist.

Vergleicht man

$$E_{[100]} = K_0, \quad E_{[110]} = K_0 + \frac{K_1}{4}, \quad E_{[111]} = K_0 + \frac{K_1}{3} + \frac{K_2}{27},$$

so findet man, daß das nur möglich ist für $K_1 < 0$ und

$$\frac{9}{4} |K_1| < K_2 < 9 |K_1|.$$

Das ist für Nickel bei 100° C der Fall.

Man könnte erwarten, daß infolgedessen im Temperaturgebiet, in dem [110] die leichte Richtung ist, eine Umgruppierung der Bereichsstruktur erfolgt, derart, daß die Bloch-Wände parallel zu den Flächendiagonalen werden. Das ist jedoch nicht der Fall. In diesem Temperaturgebiet ist die Kristallanisotropieenergie so klein, daß die Eigenspannungen der Probe das Bereichsmuster bestimmen, man erhält nach Wechselfeldidealisation ein Spannungsmuster. Dabei können natürlich trotzdem die Flächendiagonalen die leichten Richtungen sein, d. h. der Übergang des Spannungsmusters in eine homogene Magnetisierung parallel zu einer Flächendiagonalen wird weniger Energie erfordern als bezüglich einer anderen Richtung.

2. *Der Einfluß des Vorzeichenwechsels von K_1 auf die Bereichsstruktur.* Wie bereits in der Voraussetzung zur Diskussion der Ergebnisse erwähnt wurde, besteht in der Literatur keine Klarheit darüber, bei welcher Temperatur der Vorzeichenwechsel von K_1 erfolgt. Die Werte variieren zwischen 100 und 217° C.

Nach den vorliegenden Ergebnissen ist es für den magnetischen Zustand der Probe ziemlich gleichgültig, daß überhaupt ein Vorzeichenwechsel erfolgt. Worauf es für die Bereichsstruktur nur ankommt ist, daß die Kristallanisotropieenergie klein ist, denn dann bestimmen die Eigenspannungen der Probe das Bereichsmuster.

3. *Bereichsstrukturen nach Wechselfeldidealisation und nach thermischer Idealisierung.* W. GERLACH [7] fand bei der Messung der Neukurve von Nickel bei Zimmertemperatur, daß man nach thermischer Idealisierung einen anderen Zustand erhält als nach Wechselfeldidealisation. Im $I(H)$ -Diagramm liegt die Neukurve nach thermischer Idealisierung über der Neukurve nach Wechselfeldidealisation. Die Anfangspermeabilität ist nach thermischer Idealisierung erhöht, und die irreversiblen Vorgänge beginnen bei wesentlich kleineren Feldern als nach Wechselfeldidealisation.

Die vorliegenden Untersuchungen zeigen den Grund dafür. Die Bereichsstruktur ist in den beiden Fällen grundverschieden. Die Wechselfeldidealisation bei Zimmertemperatur führt zum Balkenmuster, während nach thermischer Idealisierung das Spannungsmuster vorhanden ist. Es ist klar, daß in letzterem Fall die Anfangspermeabilität wegen der großen Anzahl der Bloch-Wände erhöht ist und daß die irreversiblen Magnetisierungsvorgänge schon bei kleineren Feldern beginnen, denn das bei Zimmertemperatur energetisch ungünstige Spannungsmuster geht unter dem Einfluß eines Magnetfeldes irreversibel in tiefere Zustände über.

Bei der Messung magnetischer Eigenschaften sind zwei Vorbehandlungen der Probe üblich: Wechselfeldidealisation oder thermische Idealisierung. Die Untersuchung der Bereichsstruktur zeigt, daß die Wechselfeldidealisation physikalisch sinnvoller ist als die thermische Idealisierung, denn sie realisiert einen energetisch tieferen Zustand.

4. *Prinzip der Transformierbarkeit.* Von W. GERLACH und A. TEMESVÁRY [8] wurde das Prinzip der Transformierbarkeit aufgestellt, das besagt, daß sich Hystereseschleife und Neukurve bei allen Temperaturen auf je eine Kurve reduzieren lassen, wenn man $(I/I_\infty)_T$ gegen H_T/H_{CT} aufträgt. (I =pauschale Magnetisierung, I_∞ =Sättigungsmagnetisierung, H_T =Feldstärke bei der Temperatur T , H_{CT} =Koerzitivkraft bei der Temperatur T). Die Gültigkeit der Transformierbarkeit wurde in der genannten Arbeit für zwei harte Nickelproben ($H_c=5,6$ und $20,1$ Oe) nachgewiesen. Dagegen ist sie für die Messungen von G. THIESSEN [6] nicht erfüllt. Die Transformierbarkeit versagt nach W. GERLACH [8], „wenn die Probe temperaturabhängige Änderungen der Qualität der den Magnetisierungsablauf bedingenden Größen, also besonders von Kristallenergie und Spannungen, erleidet“.

Die vorliegenden Ergebnisse zeigen:

Die Transformierbarkeit bei harten Proben ist eine Folge davon, daß die Bereichskonfiguration harter Proben von Zimmertemperatur bis zum Curie-Punkt von der Spannungsenergie bestimmt wird (Abb. 10). Dagegen kann für weiche Proben die Transformierbarkeit nicht möglich sein, denn die Bereichskonfiguration weicher Proben wird bei niedrigen Temperaturen von der Kristallanisotropieenergie bestimmt, bei höheren von der Spannungsenergie (Abb. 6).

5. *Anfangssuszeptibilität.* Die verschiedenen Modelle der Magnetisierungsvorgänge liefern für die Anfangssuszeptibilität χ_a verschiedene Formeln. Gemeinsam ist diesen Formeln, die aus Spannungstheorie [31], Fremdkörpertheorie [32] und Wandwölbungstheorie [33] folgen, daß χ_a der sog. Besetzungszahl proportional ist, was einer umgekehrten Proportionalität zur Bereichsdicke entspricht. Die Theorie der Anfangssuszeptibilität kann also eigentlich nur dann experimentell geprüft werden, wenn die Abmessungen der magnetischen Bereiche bekannt sind. Zur Beschreibung der Temperaturabhängigkeit der Anfangssuszeptibilität benötigt man dementsprechend die Temperaturabhängigkeit der Bereichsgröße. Diese wurde jedoch bisher im allgemeinen übergangen. So nimmt z.B. KERSTEN [13] bei der Diskussion der Anfangssuszeptibilitätsformel, die aus der Wandwölbungstheorie folgt, an, daß man bei Nickel bis 200°C mit einer weitgehenden Temperaturunabhängigkeit der Bereichsgröße rechnen kann.

Die vorliegenden Ergebnisse zeigen, daß die Bereichsdicke einer weichen, jeweils wechselfeld-idealisierten Probe schon wenig über Zimmertemperatur merklich abnimmt und daß bei etwa 70°C das Balkenmuster sogar in ein Spannungsmuster übergeht. Allenfalls bei einer harten Probe oder einer jeweils thermisch idealisierten Probe kann man mit einer weitgehenden Temperaturunabhängigkeit der Bereichsgröße rechnen.

6. *Koerzitivkraft.* In letzter Zeit ist das Temperaturverhalten der Koerzitivkraft von Nickel-Einkristallen in Abhängigkeit von Orientierung und plastischer Verformung eingehend untersucht worden [5], [10], [11], [12]. Theoretische Ergebnisse stimmen qualitativ mit den Messungen überein [10], reichen jedoch zu einer Deutung im einzelnen nicht aus.

Berechnet wird die Koerzitivkraft als Mittelwert der Grenzfeldstärke, welche zum irreversiblen Verschieben einer Bloch-Wand mindestens nötig ist. Demnach scheint die Koerzitivkraft nur von den Hindernissen für die Wandbewegung abzuhängen, nicht von der Anordnung der Wände. Die Bewegung der Wände wird aber im allgemeinen auch dadurch gehemmt sein, daß beim Verschieben der Wände Streufelder auftreten, deren Größe wiederum von der Bereichskonfiguration abhängt. Für eine genaue Theorie der Koerzitivkraft, die auch den Temperaturgang der Koerzitivkraft enthalten sollte, wird man also auch die Temperaturabhängigkeit der Bereichsstruktur berücksichtigen müssen.

Charakteristisch für die Koerzitivkraft von Nickel als Funktion der Temperatur ist ein flaches Maximum bei ungefähr 100°C [10], das der theoretischen Deutung Schwierigkeiten bereitet. In diesem Maximum kommt wahrscheinlich der Übergang vom Balkenmuster zum Spannungsmuster zum Ausdruck, denn wie die Bereichsbilder zeigen, liegt dieses Übergangsgebiet im gleichen Temperaturintervall. Diese Deutung des Koerzitivkraftmaximum wird noch dadurch erhärtet, daß man bei Verformung der Probe eine Verschiebung des Maximum nach tieferen Temperaturen beobachtet [10], was der Verschiebung der unteren Grenze des Existenzgebietes des Spannungsmusters bei zunehmender Größe der Eigenspannungen entspricht.

7. *Barkhausen-Sprünge.* W. F. IVLEV [34] untersuchte die Temperaturabhängigkeit der Barkhausen-Sprünge eines Nickeldrahtes. Er fand mit wachsender Temperatur eine Abnahme der Zahl der Sprünge aller registrierten Größenklassen (registriert wurden Barkhausen-Sprünge, deren Volumen größer als 10^{-9}cm^3 war). Die Verringerung der Zahl der Sprünge ist stärker als die Abnahme der Sättigungsmagnetisierung mit der Temperatur. Eine Deutung dieser Ergebnisse wird in der genannten Arbeit nicht gegeben.

Zwei mögliche Erklärungen bieten sich an:

1. Bei höheren Temperaturen rücken die Wände in kleineren Schritten vor.

2. Bei wachsender Temperatur werden die Weißschen Bereiche kleiner.

Die gemessenen Barkhausen-Sprünge gestatten natürlich nicht zu entscheiden, welche der beiden Deutungen zutrifft. Die vorliegende Untersuchung der Bereichsstruktur zeigt, daß die Abnahme der Bereichsgröße mit wachsender Temperatur möglicherweise das Temperaturverhalten der Barkhausen-Sprünge erklärt.

8. *Rauschen.* Im Zusammenhang mit dem Rauschen ferromagnetischer Werkstoffe wird angenommen [35], daß Bloch-Wandbewegungen auch ohne Feldeinwirkung vorkommen, bedingt durch thermische Schwankungserscheinungen. Da das Rauschen bei Temperaturänderungen besonders stark ist [35], sollten die spontanen Wandbewegungen in diesem Fall besonders stark auftreten.

Bei den vorliegenden Untersuchungen wurden jedoch Blochwand-Bewegungen bei wachsender Temperatur, ohne jede Feldeinwirkung, in keinem Fall beobachtet (die visuelle Beobachtung erfolgte bei 32facher Vergrößerung). Falls also spontane Wandbewegungen vorkommen, sind ihre Amplituden kleiner als ungefähr $10\text{ }\mu\text{m}$.

Zusammenfassung

Die Temperaturabhängigkeit der magnetischen Bereichsstruktur von Nickel wird mit Hilfe des verstärkten magnetooptischen Kerr-Effekts untersucht.

Die jeweils wechselfeldidealisierte Probe zeigt mit wachsender Temperatur abnehmende Bereichsdicke und schließlich den Übergang in ein Spannungsmuster. Die ohne Feldeinwirkung erhitzte Probe ändert ihre Bereichsstruktur gar nicht. Thermische Idealisierung führt zum Spannungsmuster. Eine plastisch verformte Probe verändert ihre Bereichsstruktur mit wachsender Temperatur und jeweiliger Wechselfeldidealisierung nicht nennenswert. Mit Hilfe von Kerr-Hysteresen wird der Ummagnetisierungsmechanismus untersucht.

Die Ergebnisse werden theoretisch gedeutet.

Es steht damit experimentelles Material über das Temperaturverhalten der Weißschen Bereiche von Nickel zur Verfügung. Für die Deutung des Temperaturgangs magnetischer Eigenschaften von Nickel ergeben sich daraus neue Gesichtspunkte.

Herrn Professor Dr. A. FAESSLER danke ich für die Möglichkeit, am I. Physikalischen Institut der Universität München eine Dissertation anfertigen zu können.

Mein Dank gebührt ganz besonders Herrn Professor Dr. J. KRANZ für wertvolle Ratschläge und Diskussionen bei der Durchführung der Arbeit.

Der Werkstatt des Instituts, vor allem den Herren Oberwerkmeistern SCHARF und STROHBACH, bin ich für die gediegene Ausführung mechanischer Arbeiten sehr verpflichtet.

Der Deutschen Forschungsgemeinschaft sei für die Bereitstellung einer Sachbeihilfe gedankt.

Literatur: [1] WILLIAMS, H. J., and J. G. WALKER: Phys. Rev. **83**, 634 (1951). — [2] YAMAMOTO, N., and T. IWATA: Sci. Repts. RITU A **5**, Nr. 5, 433 (1953). — [3] STEPHAN, W.: Exp. Technik Phys. **3**, 1 (1955). — [4] KIRKHAM, D.: Phys. Rev. **52**, 1162 (1937). — [5] OKAMURA, T., and T. HIRONE: Phys. Rev. **55**, 102 (1939). — [6] THIESSEN, G.: Ann. Physik **38**, 153 (1940). — [7] GERLACH, W.: Metallforschung **2**, 275 (1947). — [8] GERLACH, W., u. A. TEMESVÁRY: Z. Physik **124**, 570 (1948). — [9] KNELLER, E.: In Beiträge zur Theorie des Ferromagnetismus und der Magnetisierungskurve, herausgeg. von W. KÖSTER. Berlin-Göttingen-Heidelberg: Springer 1956. — [10] DIETRICH, H., u. E. KNELLER: Z. Metallk. **47**, 672, 716 (1956). — [11] KNELLER, E., u. G. SCHMELZER: Z. Metallk. **51**, 342 (1960). — [12] KRAUSE, D.: Z. Physik **168**, 239 (1962). — [13] KERSTEN, M.: Z. angew. Phys. **8**, 382 (1956). — [14] ANDRÄ, W.: Ann. Physik **3**, 334 (1959). — [15] BERGMANN, W.: Z. angew. Phys. **8**, 559 (1956). — [16] KITTEL, J. C.: Rev. Mod. Phys. **21**, 541 (1949). — [17] KRANZ, J., u. W. DRECHSEL: Z. Physik **150**, 632 (1958). — [18] KRANZ, J., u. A. SCHAUER: Optik **18**, 186 (1961). — [19] KRANZ, J., u. A. SCHAUER: Naturwissenschaften **47**, 392 (1960). — [20] BOZORTH, R. M.: Phys. Rev. **50**, 1076 (1936). — [21] McTEGART, G. W. J.: The Electrolytic and chemical Polishing of Metals. London: Pergamon Press Ltd. 1956. — [22] LANG, R. A.: Vakuum Tech. **8**, 1 (1959). — [23] KRANZ, J., u. B. PASSON: Z. Physik **161**, 525 (1961). — [24] BOZORTH, R. M.: Ferromagnetism. Toronto - New York - London: D. Van Nostrand Company, Inc. 1951. — [25] PUZEI, J. M.: Bull. Acad. Sci. UdSSR, Phys. Ser. **21**, 1077 (1957). — [26] BRUKHATOV, N. L., i L. V. KIRENSKY: Phys. Z. Sowjet. **12**, 602 (1937). — [27] HONDA, K., H. MASUMOTO and Y. SHIRAKAWA: Sci. Repts. Tôhoku Imp. Univ. **24**, 391 (1935). — [28] SPACEK, L.: Ann. Physik **5**, 217 (1960). — [29] MARTIN, P. H.: Proc. Phys. Soc. (London) B **70**, 77 (1957). — [30] HAASEN, P., u. G. LEIBFRIED: Fortschr. Physik **2**, 73 (1954). — [31] KERSTEN, M.: In Probleme der technischen Magnetisierungskurve. Berlin: Springer 1938. — [32] KERSTEN, M.: Phys. Z. **44**, 63 (1943). — [33] KERSTEN, M.: Z. angew. Phys. **8**, 313 (1956). — [34] IVLEV, W. F.: Mitt. Akad. Wiss. UdSSR **16**, 6, Phys. Serie (1952). — [35] BITTEL, H.: Zusammenfassender Vortrag auf der Physikertag. in Stuttgart 1962.

Dr. rer. nat. ALOIS SCHAUER,
I. Physikalisches Institut der Universität,
8 München 22, Geschwister-Scholl-Platz

Lebenslauf

Am 8. Juni 1935 wurde ich, ALOIS SCHAUER, als Sohn des Bauern ANTON SCHAUER und seiner Ehefrau ANNA SCHAUER, geb. KUKLA, in Schönbrunn/Sudeten geboren. Nach dem Besuch der Volksschule in Schönbrunn, Kahla/Kr. Jena, Söllnitz/Kr. Weimar und Blankenhain/Kr. Weimar besuchte ich die Oberschule in Blankenhain und Bad Berka/Kr. Weimar, wo ich 1953 die Reifeprüfung ablegte. Im gleichen Jahr begann ich an der Universität Jena das Studium der Physik, das ich 1958 an der Universität München fortsetzte und 1960 mit der Diplom-Hauptprüfung abschloß. Von 1960 bis 1962 war ich am I. Physikalischen Institut der Universität München unter der Leitung von Herrn Privatdozent Dr. J. KRANZ mit der Anfertigung einer Dissertation beschäftigt.

